Agilent 355 化学発光硫黄検出器による エチレンとプロピレン中の 硫黄化合物の分析

技術概要

緒言

本資料では、ガスクロマトグラフと硫黄選択検出による、エチレンおよびプロピレンガス中の微量の硫化水素とその他の揮発性硫黄化合物について説明します。このメソッドで、個々の揮発性硫黄含有化合物の測定の他、化学品原料中の硫黄総含有量の測定も行いました。

炭化水素原料中においてはこれらの化合物が汚染物質となるため、エチレンおよびプロピレン中の微量の揮発性硫黄化合物の測定は重要です。微量揮発性硫黄化合物の正確なガスクロマトグラフィー分析は、これらの化合物の化学特性により、困難です。揮発性硫黄化合物は本来、反応性および吸着性が高いため、微量分析には良好な分離技術と高性能の選択検出が欠かせません。こうした微量分析に用いられるクロマトグラフィー技術には、不活性なサンプルハンドリングシステムとバルブ操作が用いられており、選択検出においては、マトリクス干渉の影響が最小限まで抑えられています。沸点範囲が異なるため、エチレン中の硫化水素およびプロピレン中の硫化カルボニルの測定は、大きな懸案事項です。

炎光光度検出器などの検出器では、分析対象化合物と溶媒の共溶出が炭化水素のクエンチや干渉の原因となるため、この分析で使用することは特に難しく、誤った結果を導く恐れがあります。図 1、2 に示したクロマトグラムでは、炭化水素マトリクスからのクエンチや干渉を受けずに、炭化水素ガス中の微量揮発性硫黄化合物を選択的に検出する SCD の能力が実証されています。

この分析には、スプリット/スプリットレスインジェクタを搭載した Agilent 5890 シリーズⅡガスクロマトグラフを用いました。Agilent 355 化学発光硫黄検出器 (Agilent 355 SCD) を Astec Gaspro キャピラリカラムに直接接続し、標準条件に従って操作しました。

図 1 では、プロピレン中の COS の分析における 355 SCD の能力を説明しています。COS として、60 ppb wt の硫黄を含むプロピレンサンプル 1 mL を、前処理せずに GC に導入しました。インジェクタは、スプリット比 1:6 で操作され、線速度は約 38 cm^{-1} でした。この分析の温度プログラムは、 50 °C で 1 分間保持した後、10 °C/min で 100 ℃まで昇温しました。このクロマトグラムから、炭化水素レスポンスやベースラインに目に見える異常がない状態での、Agilent 355 SCD の炭素に対する硫黄の選択性が実証されます。また、SCD の硫黄種の感度が良好なため、微量分析に理想的です。

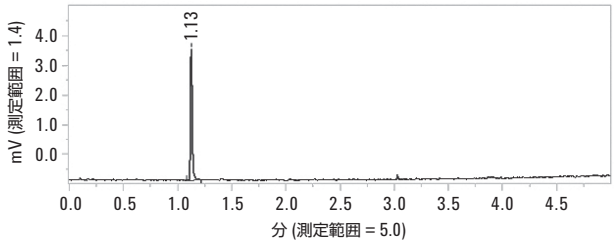

図 1.　プロピレン中の 60 ppb の硫化カルボニル

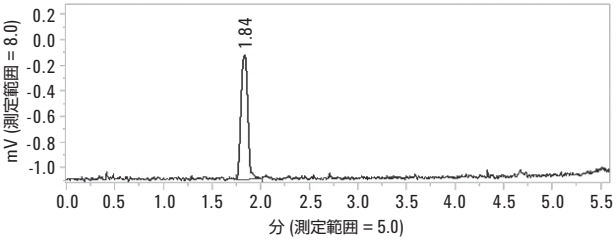

図 2.　エチレン中の 100 ppb の硫化水素

図 2 では、GasPro カラムと SCD を用いた、エチレン中の 100 ppb の硫化水素の分析を説明します。上記のように、1 mL のサンプル (ガス) が、スプリット比 1:6 で注入されました。オーブン温度プログラムは、40 °C で 1 分間保持し、10 °C/min で 100 °C まで昇温しました。この場合、エチレンと硫化水素が同時に溶出するように、分析の温度ランプを意図的に設定しました。これによりバンドはブロードになりましたが、硫黄レスポンスの明らかなクエンチはなく、炭化水素のレスポンスやベースラインに異常はありませんでした。SCD はこれらの条件で上手く作動しますが、溶媒効果を低減するために分析対象成分からマトリクスを分離することをお勧めします。

カラム技術の進歩により、炭化水素マトリクス中の硫化水素や硫化カルボニルの室温分離が可能になりました。H_2S や COS の他、軽質のメルカプタンや硫化物の室温分離などにも、Chrompack CP-SilicaPLOT (30 m、内径 0.32 mm) や Astec Gaspro (15 m、内径 0.32 mm) などのキャピラリカラムが理想的です。これらのカラムには独特な保持特性があるので、軽質アプリケーションに最適と思われます。

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
June 14, 2007
5989-6791JAJP

Agilent Technologies